

Висновки:

1. Запропоновано критеріальні рівняння для визначення продуктивності та витрат потужності суцільних і порожнистих конусних відцентрових розпилювачів.
2. Запропоновано узагальнене критеріальне рівняння розпилення для розрахунку середнього об'ємно-поверхневого діаметра краплин.
3. Визначено, що подача повітря в корінь факела розпилення зі швидкістю до 25 м/с дає можливість зменшити середній розмір краплин в 1,5–2 рази та збільшити сумарну поверхню контакту між краплями продукту

і теплоносієм до 40 %. Виявлено, що стійкий режим вторинного подрібнення краплин при різко прикладеному навантаженні до них потоку повітря починається при $We \geq 4$.

4. Отримано кінетичні та температурно-вологі характеристики процесу сушіння окремих краплин сироватки з-під кисломолочного сиру; ці характеристики рекомендуються для розрахунку тепломасообміну при конструюванні розпилювальних сушильних установок.

Надійшла до редколегії 30.03.02 р.

УДК 663.55

**Є.О. Міхненко, Г.О. Кизюн, О.С. Міщенко,
Н.А. Нагурна, кандидати техн. наук
К.В. Дремлюга, Н.М. Янкова
УкрНДІспиртбіопрод
Л.М. Мельник, канд. техн. наук
Національний університет
харчових технологій**

НОВІ ДЕРЖАВНІ СТАНДАРТИ НА СПИРТ ЕТИЛОВИЙ РЕКТИФІКОВАНИЙ

Спирт етиловий ректифікований, який вироблено із харчової сировини, використовують переважно для виготовлення лікєро-горілчанних виробів. При цьому він є основною складовою частиною цих продуктів і визначає насамперед їхню якість. Відповідно до цього визначаються вимоги до якості цього спирту. В країнах, де традиційно виготовляють і споживають горілки, наприклад країни СНД, Німеччина, Польща, Швеція, Фінляндія та інші, ці вимоги, які час від часу підвищуються, відображено в державних стандартах.

На сьогодні в спиртовій галузі України діють стандарти колишнього СРСР: ГОСТ 5962–67 «Спирт этиловый ректификованный. Технологические требования» і ГОСТ 5964–94 «Спирт этиловый. Правила приёмки и методы анализа», які згідно з договорами між країнами СНД введено як міждержавні. Але ці стандарти вже не відповідають розвитку та технології ректифікації спирту за останні роки, не враховують нових методик інструментального аналізу визначення вмісту мікродомішок етилового спирту, зрослих вимог виробників горілчаної продукції до фізико-хімічних і дегустаційних показників якості спирту етилового ректифікованого. Наприклад, нові технологічні прийоми для підвищення якості спирту етилового ректифікованого, запроваджені в практику брагоректифікації вітчизняними науковцями, дали змогу налагодити виробництво спирту нових сортів з високими хіміко-технологічними та дегустаційними показниками якості. Ці вимоги закріплено новими стандартами на спирт із зерна: в Україні ТУ У 18.499–98 «Спирт етиловий ректифікований «Пшенично-сльоза», в республіці Білорусь — ТУ РБ 01797526.542–97 «Спирт этиловый ректификованный «Супер Люкс», а на спирт із м'ясяи — ДСТУ 3099–95 «Спирт етиловий ректифікований із м'ясяи високоякісний».

Підвищуються вимоги до якості спирту етилового ректифікованого і в Росії. Так, у 2001 р. введено в дію нові стандарти: ГОСТ Р 51652–2000 «Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия» та ГОСТ Р 51698–2000 «Водка и спирт этиловый. Газохроматографический экспресс-метод определения содержания токсичных микропримесей». Ці стандарти поряд із введенням нових сортів спирту «Базис» та «Альфа» запроваджують нові методики аналізів мікродомішок у кінце-

вій продукції, в тому числі й покомпонентні. Вперше в спирті етиловому ректифікованому обмежено вміст пропілових спиртів. Відповідно до раніше чинного стандарту сивушне масло визначали як суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів, а вміст пропілових спиртів не визначали і не обмежували, незважаючи на те що негативний вплив їх на дегустаційну оцінку загальновідомий. Нові стандарти на спирт етиловий ректифікований розробляють також інші країни СНД.

Перед науковцями поставлено завдання — узагальнити досвід розвитку техніки і технології спиртового виробництва, врахувати зрослі вимоги до спирту етилового ректифікованого, запровадити нові прилади та методики для визначення вмісту мікродомішок етилового спирту при його виробництві біоконверсією харчової сировини. За одержаними даними розробити нові державні стандарти на технічні вимоги та методики контролю якості спирту етилового ректифікованого, а також узгодити чинні методики з міжнародними стандартами ISO.

Розробляти новий державний стандарт в УкрНДІспиртбіопрод розпочали з аналізу спиртів, які виробляє спиртова галузь України. Зразки спиртів сорту «Вища очистка», «Екстра», «Люкс» для аналізів надали майже 70 спиртових заводів. Виконано комплексний аналіз проб спиртів за фізико-хімічними методиками (з кількісним визначенням вмісту домішок згідно з ГОСТ 5964–94) і газохроматографічними на газовому хроматографі «Кристалл-2000М» з капілярною колонкою. У супровідних документах на проби спирту етилового ректифікованого заводи повідомляли: сировину, яку переробляли на час відбирання проб; продуктивність фактичну і паспортну; оцукрювальні матеріали (ферменти, солод), які застосовували; конфігурацію брагоректифікаційної установки; процент відібраних побічних продуктів (головної фракції і сивушного масла); процент відібраних і повернутих на повторну переробку напівпродуктів ректифікації (непастеризований і сивушний спирти) і т. ін.

Порівняльний аналіз результатів досліджень спиртів за фізико-хімічними методиками згідно з ГОСТ 5964–94 та за газовою хроматографією дав можливість зробити такі висновки: у високоякісних спиртах масова концентрація основних домішок обмежена $2...3 \text{ мг/дм}^3$. Фізико-хімічні методики визначають кількість домішок груповими методами (альдегіди, естери) і тому вона вища порівняно з результатами газохроматографічного аналізу.

Група альдегідів: хроматографічний аналіз практично визначає тільки оцтовий альдегід, а для спиртового виробництва характерні такі альдегіди: оцтовий, мурашиний, пропіоновий, валеріановий та ін. Вміст цих альдегідів у високоякісному спирті ректифікованому перебуває на слідовому рівні, сучасними хроматографами не визначається, тому груповий метод визначення альдегідів має свої переваги.

Група естерів: сучасний хроматограф визначає вміст естерів оцтової кислоти і метилового, етилового, бутилового, ізобутилового та ізоамілового спиртів, а також естеру мурашиної кислоти та бутилового спирту. Для спиртового виробництва характерні також естери з іншими органічними кислотами — пропіоновою, масляною, ізомасляною, валеріаною і под. З цього ряду естерів у спиртах зустрічаються етиловий ефір пропіонової кислоти та етиловий ефір масляної кислоти, а іноді у спиртах з невисокою дегустаційною оцінкою ідентифікують навіть етиловий ефір капронової кислоти. Кількісна сумарна масова концентрація естерів згідно з даними, одержаними хроматографічним методом аналізу, становить 0,12...3,40 мг/дм³.

Порівняльний аналіз результатів досліджень вмісту естерів у спиртах колориметричним методом з хлоридом заліза та об'ємним методом показав, що за першим методом масова концентрація їх перебуває на рівні 0,4...2,5 мг/дм³ незалежно від сорту спирту, при нижній межі визначення 1 мг/дм³. Об'ємний метод дає 8...30 мг/дм³ з відчутною кореляцією за сортами спирту.

Загальновідомим є негативний вплив спиртів сивушного масла на дегустаційну оцінку спирту ректифікованого. Жорсткий норматив їхнього вмісту контролюють за сумішкою ізоамілового та ізобутилового спиртів, а впроваджені у виробництво нові технології дають змогу отримувати кінцеву продукцію зі слідовими кількостями вмісту цих спиртів.

Зовсім по-іншому стоїть питання з пропіловими спиртами, які чинними на сьогодні методиками не визначались. Результати хроматографічного аналізу свідчать, що ізо-

пропіловий та пропіловий спирти визначаються в кожному спирті в концентраціях від 0,5 до 10 мг/дм³, а в деяких і значно більше. Тобто назріла нагальна потреба в обмеженні вмісту пропілових спиртів у спирті ректифікованому (що, до речі, зроблено в Росії згідно з ГОСТ Р 51 652-2000), які визначаються газохроматографічним аналізом.

Хороші результати досягнуто щодо зменшення вмісту такої токсичної домішки, як метиловий спирт. У високоякісних спиртах об'ємна частка його не перевищує 0,01 %. При цьому результати фізико-хімічного та хроматографічного аналізів зберігаються, що і слід було чекати, оскільки аналізується вміст однієї окремої речовини.

Загалом слід зазначити, що хроматографічний аналіз ідентифікує та визначає вміст кожної окремої домішки. Якщо їхня концентрація незначна, (у слідових кількостях на рівні 0,1 мг/дм³), то сучасними хроматографами вона не виявляється, але впливає на дегустаційну оцінку спирту, яка для спирту на горілки є визначальною характеристикою. Традиційні методи хімічного аналізу груп домішок дають змогу кількісно оцінити вміст домішок, розділити спирти на сорти за якістю з кореляцією на дегустаційні показники в кінцевому результаті.

Узагальнюючи результати досліджень якості спирту ректифікованого, який виробляють в Україні, з урахуванням впровадження останніх розробок науковців з підвищення його якості, вимог подібних стандартів зарубіжних країн і вимог ЄС, що викладені в регламенті 89/212/-834 ЄС, ми розробили державний стандарт "Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови", де сформульовано нормативні вимоги для спирту чотирьох сортів. Вимоги до органолептичних показників: зовнішній вигляд — прозора рідина без сторонніх часток; колір — безбарвна рідина; смак і запах — характерні для етилового спирту кожного сорту, виробленого із відповідної сировини, без присмаку та запаху сторонніх речовин. Фізико-хімічні показники спирту різних сортів наведено в *табл. 1*.

Таблиця 1

Фізико-хімічні показники

Показник	Норма для спирту			
	"Пшенична сльоза"	"Люкс"	"Екстра"	Вищого очищення
Об'ємна частка етилового спирту при температурі 20 °С, %, не менше	96,3	96,3	96,3	96,0
Проба на чистоту з сірчаною кислотою	Витримує			
Проба на окиснюваність при температурі 20 °С, хв, не менше	23	22	20	15
Масова концентрація альдегідів у перерахунку на оцтовий альдегід у безводному спирті, мг/дм ³ , не більше	2	2	2	4
Масова концентрація сивушного масла: пропіловий, ізопропіловий, бутиловий, ізобутиловий та ізоаміловий спирти у перерахунку на суміш пропілового, ізобутилового та ізоамілового спиртів (3:1:1) у безводному спирті, мг/дм ³ , не більше	3	4	7	10
Масова концентрація сивушного масла в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (1:1) у безводному спирті, мг/дм ³ , не більше	2	2	3	4
Масова концентрація естерів у перерахунку на оцтовоетиловий естер у безводному спирті, мг/дм ³ , не більше	1,5	2,0	3,0	5,0
Об'ємна частка метилового спирту в перерахунку на безводний спирт, %, не більше	0,005	0,010	0,020	0,030
Масова концентрація вільних кислот (без CO ₂) у перерахунку на оцтову кислоту в безводному спирті, мг/дм ³ , не більше	8	8	12	15
Масова концентрація органічних речовин, що омилюються, в перерахунку на оцтовий естер у безводному спирті, мг/дм ³ , не більше	12	18	25	30
Проба на фурфурол	Витримує			
Масова концентрація сухого залишку, мг/дм ³ , не більше	5	5	5	10

Допустимі рівні вмістів важких металів і арсену (показників безпеки), мг/кг, не більше, і метод контролю (ГОСТ):

- Важкі метали (ГОСТ 30178-86):
 свинець (ГОСТ 26932-86) — 0,300
 кадмій (ГОСТ 26933-86) — 0,030
 ртуть (ГОСТ 26927-86) — 0,005
 цинк (ГОСТ 26934-86) — 4,000
 Арсен (ГОСТ 26930-86) — 0,200.

Як видно з наведених даних, у новий стандарт введено додаткові нормативи: на показники якості — концентрація сивушного масла з урахуванням пропілових спиртів, концентрація органічних речовин, що омилюються, сухий залишок; на показники безпеки — визначення нижньої межі концентрації фурфуролу, вмісту важких металів і арсену.

Результати випробувань подавали у вигляді $\varphi = \varphi_{cp} \pm \Delta\varphi$, $\rho = \rho_{cp} \pm \Delta\rho$, $\tau = \tau_{cp} \pm \Delta\tau$, де φ_{cp} — об'ємна частка етилового чи метилового спиртів у перерахунку на безводний спирт, %; ρ_{cp} — масова концентрація мікрокомпонентів (альдегіди, естери, сивушне масло, кислоти, органічні речовини, що омилюються) у перерахунку на безводний спирт, мг/дм³; τ_{cp} — тривалість проби на окиснюваність спирту; χ ; Δ — довірча межа похибки вимірювання об'ємної частки, %, або масової концентрації, мг/дм³, мікроелементів спирту (табл. 2).

Вважали, що спирт пройшов випробування згідно з ДСТУ, якщо в показниках якості враховано довірчу межу похибки.

Введення в дію нових стандартів планується в другій половині 2002 р.

Таблиця 2

Нормативи контролю методів випробувань спирту етилового ректифікованого

Показник	Межа виявлення LOD	Лінійність у діапазоні вимірювання L	Збіжність r при n = 2, P = 0,95	Відтворюваність R при m = 2, P = 0,95	Довірча межа похибки Δ при P = 0,95
Об'ємна частка етилового спирту, %	0,5	—	0,06	0,12	±0,06
Тривалість проби на окиснюваність при температурі 20 °С, хв	0,5	—	1,0	2,0	±0,5
Масова концентрація альдегідів у безводному спирті, мг/дм ³	0,5	0,5...1,0	0,3	0,5	±0,15
Масова концентрація сивушного масла у перерахунку на суміш n-пропілового, ізобутилового та ізоамілового спиртів (3:1:1) у безводному спирті, мг/дм ³	1,0	1,0...15,0	0,7	1,3	±0,5
Масова концентрація сивушного масла в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (1:1) у безводному спирті, мг/дм ³	0,5	0,5...15,0	0,3	0,6	±0,1
Масова концентрація вільних кислот у безводному спирті, мг/дм ³	1,0	1,0...20,	2,0	3,0	±1
Масова концентрація органічних речовин, що омилюються, у безводному спирті, мг/дм ³	2,0	1,0...50,0	3,0	5,0	±1,5
Масова концентрація естерів у безводному спирті, мг/дм ³	1,0	1,0...10,0	0,2	0,3	±0,1
Об'ємна частка метилового спирту, %	0,002	0,002...0,130	0,02	0,005	±0,002

У державний стандарт "Спирт етиловий ректифікований і спирт етиловий-сирець. Правила приймання і методи випробувань" включено методики, що визначають кількісно вміст домішок у готовій продукції і гармонізуються із стандартизованими методами аналізу ISO 1388/1...1388/12-81. Крім того, визначено метрологічні характеристики методик, що закладені в новий стандарт. У міжлабораторних раундах визначення збіжності, відтворюваності та довірчої межі похибки вимірювання згідно з міжнародними вимогами брали участь 10-18 лабораторій різних підприємств. Перевіряли однорідність вибірки для внутрішньо-лабораторної збіжності за критерієм Кохрена і виявляли аномальність результатів при міжлабораторних дослідженнях за критерієм Діксона. Якщо дані перевірки яких-небудь лабораторій не пройшли за критерієм Кохрена або Діксона, то ці дані виключали і виконували нові розрахунки збіжності та відтворюваності. За результатами цієї роботи визначили метрологічні характеристики методів випробувань спирту етилового ректифікованого. Значення нормативів контролю похибок визначення прийнятих методик випробувань зведено в табл. 2.

За результат визначення брали середнє арифметичне двох значень, одержаних при паралельних випробуваннях, якщо розходження між ними не перевищувало нормативу збіжності для кожної методики згідно з табл. 2.

Висновок. Розроблені нові державні стандарти на спирт етиловий ректифікований враховують розвиток практики і теорії ректифікації спирту за останні роки, нові методики інструментального аналізу домішок спирту, зрослі вимоги виробників горілкової продукції до якості спирту етилового ректифікованого. Встановлено метрологічні характеристики методик випробувань, які застосовують при визначенні якості спирту.

Надійшла до редколегії 14.04.02 р.